

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-113619

(43)Date of publication of application : 07.05.1996

(51)Int.Cl.

C08F283/01

C08J 11/20

C08K 5/01

C08K 5/05

C08L 67/06

H01L 23/29

H01L 23/31

H02K 5/08

H02K 15/12

// (C08L 67/06

C08L 67:04)

(21)Application number : 06-253191

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO
LTD

(22)Date of filing : 19.10.1994

(72)Inventor : YAMAGATA YOSHIKAZU
TERADA TAKAHIKO
ONISHI HIROSHI(54) THERMOSETTING POLYESTER RESIN, MOLDED MOTOR, RESIN-SEALED
SEMICONDUCTOR ELEMENT AND DECOMPOSITION THERMOSETTING POLYESTER
RESIN

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a thermosetting polyester resin which can be easily decomposed when disposed of and to provide a method for decomposing the resin.

CONSTITUTION: This resin is the one comprising an unsaturated polyester and styrene in an amount to give a molar ratio to the unsaturations of the polyester of 1.3-2.5 or comprises these two components and at least one member selected from between a polycaprolactonediol and a polycaprolactonetriol. To decompose this resin, it is immersed in a solution containing at least a base and a hydrophilic solvent. When a molded motor formed by using this resin as the molding resin or a semiconductor element sealed with this resin is disposed of, the inner valuables can be recovered by easily decomposing the resin.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of
rejection][Kind of final disposal of application other
than the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection][Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-113619

(43) 公開日 平成 8 年 (1996) 5 月 7 日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 283/01	M R Z			
C 0 8 J 11/20	C F E			
C 0 8 K 5/01				
5/05				

6921-4E

H 0 1 L 23/ 30

R

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-253191

(22) 出願日 平成 6 年 (1994) 10 月 19 日

(71) 出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72) 発明者 山縣 芳和

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 寺田 貴彦

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 大西 宏

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 東島 隆治 (外 1 名)

(54) 【発明の名称】 熱硬化性ポリエステル樹脂、モールドモータ、樹脂封止半導体素子および熱硬化性ポリエステル樹脂の分解処理方法

(57) 【要約】

【目的】 廃棄時の分解処理が容易な熱硬化性ポリエステル樹脂、およびその分解処理方法を提供する。

【構成】 不飽和ポリエステルおよびその不飽和基に対してモル比で1.3～2.5倍のスチレンよりなる熱硬化性ポリエステル樹脂。さらに、ポリカプロラクトンジオールおよびポリカプロラクトントリオールのうち少なくとも1種を含む熱硬化性ポリエステル樹脂。この樹脂を分解するには、少なくとも塩基と親水性溶媒を含む分解溶液に浸漬する。またこの樹脂をモールド樹脂としたモールドモータや封止樹脂とした半導体素子の廃棄時には、容易に樹脂を分解処理し、内部の有価物を取り出すことができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 不飽和ポリエステルおよび前記不飽和ポリエステル中の不飽和基に対してモル比で1.3～2.5倍のスチレンよりなる熱硬化性ポリエステル樹脂。

【請求項2】 ポリカプロラクトンジオールおよびポリカプロラクトントリオールのうち少なくとも1種類を含む請求項1記載の熱硬化性ポリエステル樹脂。

【請求項3】 請求項1または2記載の熱硬化性ポリエステル樹脂を含むモールド材が、鉄芯または巻線のうち少なくとも一部と直接接触してモールドされてモータの外郭を構成しているモールドモータ。

【請求項4】 請求項1または2記載の熱硬化性ポリエステル樹脂を含む封止材が、半導体素子、リード線、およびボンディング線のうち少なくとも一部と直接接触して半導体素子を封止している樹脂封止半導体素子。

【請求項5】 不飽和ポリエステルおよび前記不飽和ポリエステル中の不飽和基に対してモル比で1.3～2.5倍量のスチレンを含む熱硬化性ポリエステル樹脂を、少なくとも塩基と親水性溶媒を含む分解溶液に浸漬することを特徴とする熱硬化性ポリエステル樹脂の分解処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、熱硬化性ポリエステル樹脂、同樹脂を用いたモールドモータ、樹脂封止半導体素子、および熱硬化性ポリエステル樹脂の分解処理方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】熱硬化型のポリエステル樹脂は、構造が一次元である熱可塑性樹脂と異なり、三次元的な複雑な構造を持っており、1930年代に誕生して以来、建築関係、自動車関係、電気産業関係など幅広い分野に使用されてきた。樹脂単独で利用されるよりも複合材料として使用される場合が多く、ガラス繊維や炭素繊維、有機繊維等の補強材を添加した繊維強化プラスチックや炭酸カルシウム、カオリン、水酸化アルミニウム、タルク、マイカ等のフィラーを添加した粒子分散型の複合材料などがある。熱硬化性ポリエステル樹脂の用途としては、大きく分けて積層品と注型品がある。積層品としては、建築関係では波板、平板、床材、壁材、浴槽、便槽、水槽、洗面台等、船舶関係ではヨット、ボート、カヌー、漁船、水中翼船等、自動車関係では自動車ボディ、エアスポイラー、キャンピングトレーラー等、鉄道関係では客車、コンテナ、寝台、タンク類等、航空機関係ではレーダードーム、プロペラ、補助翼、グライダー等、鉱業・化学工業関係ではパイプ、タンク類、反応槽等、電気産業関係では各種絶縁板、プリント基板、配電盤、ケース類、モータ、トランス封止、VTR、オーディオ製品等、その他では椅子、机、トランク、ヘルメット、サーフボード、スノーボード等に使用される。注型

品としては、土木建築関係では人造大理石、タイル、ドア、パイプ、モルタルコンクリート等、電気・通信機関係ではコンデンサ、コイル、電気機器部品封入用、キャパシタ、接合端子部封入用等、その他ではボタン、置物、食器類等に使用される。

【0003】熱硬化性ポリエステル樹脂の製造方法としては、不飽和多塩基酸と飽和多塩基酸、グリコール類から構成された不飽和ポリエステルを溶解させ、かつ架橋剤も兼ねるモノマーや重合防止剤、促進剤などを添加して硬化反応を起こさせるのが一般的である。性能とコストの面から、不飽和多塩基酸としては無水マレイン酸とフマル酸がよく使用され、飽和多塩基酸としては無水フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸等が用いられ、グリコール類としてはプロピレングリコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール等が使用される。モノマーとしてはスチレンを使用するのが一般的である。熱硬化性ポリエステル樹脂は、ゴム状弾性体のものから、250℃以上の熱変形温度を有するものまで幅広く、多品種が開発され、その物性を広範囲に変えられる。熱硬化性ポリエステル樹脂の組成と機械的強度、電気的性質、耐化学薬品性、耐水性等については詳細な研究がなされている。特に、熱硬化性ポリエステルの多塩基酸とグリコール類とモノマーの種類と組成比による耐化学薬品性、耐水性に関する研究では、煮沸水による耐水性試験、有機溶剤による耐溶剤性試験、水酸化ナトリウム水溶液等による耐アルカリ性試験などについては詳細な検討がなされている。しかし、これらの溶液を組み合わせた溶液の影響などについてはあまり研究されていなく、分解性の観点からの研究はほとんどないのが現状である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上述したように熱硬化型のポリエステル樹脂は、硬化反応によって複雑な橋架け化三次元構造となるため、一般的には不溶不融の樹脂である。そのため、その分解・再生処理は困難であり、再利用し難い樹脂である。しかし、最近、廃棄物問題がクローズアップされ、様々な製品（建築物、自動車、電気製品等）の再利用が求められるようになってきた。特に樹脂の再生・再利用は金属の場合と異なり、技術的にも確立していない点が多く、とりわけ熱硬化性ポリエステル樹脂の再生・再利用は困難となっている。また、熱硬化性ポリエステル樹脂は構造材として使用されることが多く、例えばモータのモールド材や半導体封止材としての利用など、その内部に金属等を包含している場合が多い。そのため、内部の有用な部品、材料を再生・再利用することも困難となっている。さらに、熱硬化性ポリエステル樹脂を減容化するためには、例えばそのまま粉碎する方法などが考えられるが、強度的な問題から粉碎に大きなエネルギーを要す。

【0005】以上に鑑み、本発明の目的は、廃棄時の処

理が容易な熱硬化性ポリエステル樹脂を提供することである。本発明は、またそのような熱硬化性ポリエステル樹脂を用いたモールドモータ、および樹脂封止半導体素子を提供することを目的とする。本発明は、さらにおよび熱硬化性ポリエステル樹脂の分解処理方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂は、不飽和ポリエステルおよび前記不飽和ポリエステル中の不飽和基に対してモル比で1.3～2.5倍のスチレンよりなる。ここにおいて、ポリカプロラクトンジオールおよびポリカプロラクトントリオールのうち少なくとも1種類を含むことが好ましい。本発明のモールドモータは、前記の熱硬化性ポリエステル樹脂を含むモールド材が、鉄芯または巻線のうち少なくとも一部と直接接触してモールドされてモータの外郭を構成している。

【0007】また、本発明の樹脂封止半導体素子は、前記の熱硬化性ポリエステル樹脂を含む封止材が、半導体素子、リード線、およびボンディング線のうち少なくとも一部と直接接触して半導体素子を封止している。本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂の分解処理方法は、不飽和ポリエステルおよび前記不飽和ポリエステル中の不飽和基に対してモル比で1.3～2.5倍量のスチレンを含む熱硬化性ポリエステル樹脂を、少なくとも塩基と親水性溶媒を含む分解溶液に浸漬するものである。

【0008】

【作用】本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂は、スチレン添加量を不飽和ポリエステル中の不飽和基に対してモル比で1.3～2.5倍としているため、十分な三次元骨格を構成でき、一般の熱硬化性ポリエステル樹脂と同様の物性値を有している。しかも、この熱硬化性ポリエステル樹脂は、少なくとも塩基と親水性溶媒を含む分解溶液の浸透性が高く、熱硬化性ポリエステル樹脂骨格のエステル部分を加溶媒分解しやすいため、使用後廃棄物となった場合には上記分解溶液で速やかにエステル部分の分解を行い、三次元構造を崩壊させ、廃棄処理を容易にすることができる。また、ポリカプロラクトンジオールおよびポリカプロラクトントリオールのうち少なくとも1種類を混入している熱硬化性ポリエステル樹脂は、ポリカプロラクトンジオールやポリカプロラクトントリオールによって、さらに分解溶液の浸透性が向上し、かつこれらのエステル部分も加溶媒分解されるので一層分解溶液の浸透が進む。そのため、熱硬化性ポリエステル樹脂骨格中のエステル部分の加溶媒分解も速やかに進み、樹脂の三次元構造が崩壊して、より短時間の処理で容易に廃棄処理ができる。

【0009】また、上記熱硬化性ポリエステル樹脂を含むモールド材を使用したモールドモータは、使用後、分解溶液で樹脂部分を崩壊させて、内部の有価物（鉄芯や

巻線など）を容易に取り出すことができ、再利用の容易なモールドモータを提供できる。さらに、上記熱硬化性ポリエステル樹脂を含む封止材を使用した樹脂封止半導体素子は、モールドモータの場合と同様に内部の半導体素子やリード線、ボンディング線を容易に取り出し再利用できることは勿論、半導体素子が、例えばGaAs等でそのまま廃棄することが好ましくない有害物である場合には、封止材を分解溶液にて加溶媒分解することにより内部の有害物を取り出すことができるため、有害物の除去も容易な樹脂封止半導体素子を提供できる。

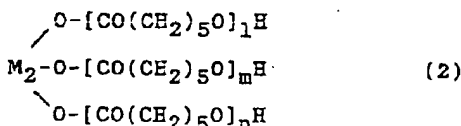
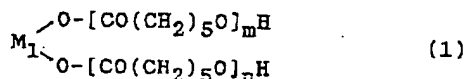
【0010】

【実施例】本発明に供される不飽和ポリエステルは、主要原料として不飽和多塩基酸と飽和多塩基酸、グリコール類から構成されるあらゆる不飽和ポリエステルが使用できる。不飽和多塩基酸としては、例えば、無水マレイン酸、フマル酸、イタコン酸等が用いられる。飽和多塩基酸としては、例えば、無水フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、テトラヒドロ無水フタル酸、メチルテトラヒドロ無水フタル酸、エンドメチレンテトラヒドロ無水フタル酸、テトラブrom無水フタル酸、アジピン酸、セバシン酸等が挙げられる。グリコール類としては、例えば、プロピレングリコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、ジブromネオペンチルグリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、水素化ビスフェノールA等が挙げられる。

【0011】本発明に供される架橋剤となるモノマーは、スチレンであり、不飽和多塩基酸に対してモル比で1.3～2.5倍添加することが好ましい。モル比1.3未満では、未反応の不飽和多塩基酸が多くなり、樹脂の強度等が低下する。また、モル比2.5を超えると、分解溶液の浸透性が低下して十分な分解性が得られない。また、さらに好ましくは1.9～2.3倍添加することが機械的性質や分解処理上適当である。本発明に供されるポリカプロラクトンジ奥ールの一般的な構造は以下の式(1)に、またポリカプロラクトントリオールの一般的な構造は式(2)にそれぞれ示す。

【0012】

【化1】

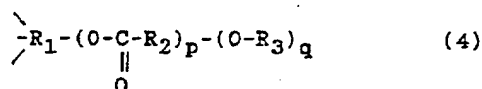
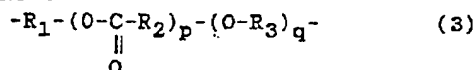


【0013】なお、式(1)および式(2)のl、m、nは1以上の整数を表している。また、M₁は、例えば

式(3)で示される基を表している。ここで、 p 、 q は整数、 R_1 、 R_2 、 R_3 は脂肪族アルキレン基を表している。 R_1 、 R_2 、 R_3 としては例えば、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ペンチル基、ヘキシル基等の脂肪族アルキレン基が挙げられる。 $p=q=0$ の場合は、 $M_1=R_1$ となり、エーテル結合やエステル結合を有さない単純な脂肪族アルキレンとなる。また、 p や q が2以上の場合、2個以上存在することになる R_2 及び R_3 は同じ脂肪族アルキレンでも異なった脂肪族アルキレンでもどちらでもよい。さらに、 M_1 は勿論エーテル結合とエステル結合をランダムな順番に有する基でもよい。 M_2 は、例えば式(4)で示される基を表している。ここで、 p 、 q は整数、 R_1 、 R_2 、 R_3 は脂肪族アルキレン基を表している。 R_1 、 R_2 、 R_3 としては例えば、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ペンチル基、ヘキシル基等の脂肪族アルキレン基が挙げられる。ただし、 R_1 の末端は3つの結合の手を有している。 p や q が2以上の場合、2個以上存在することになる R_2 および R_3 は同じ脂肪族アルキレンでも異なった脂肪族アルキレンでもどちらでもよい。また、勿論 M_2 中のエーテル結合とエステル結合の順番は式(4)と異なってもよい。さらに、式(4)では R_1 の末端が3つの結合の手を有していて、Oを介してポリカプロラクトンと結合しているが、 R_2 や R_3 の中の1つが3つの結合の手を有していて、Oを介してポリカプロラクトンと結合しているものでもよい。

【0014】

【化2】



【0015】 R_1 、 R_2 、 R_3 としてネオペンチル基を含むものが、スチレンへの溶解性が高く、不飽和ポリエステル樹脂とポリカプロラクトンジオールあるいはポリカプロラクトントリオールとの相溶性が上がるため、本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂中にポリカプロラクトンジオールやポリカプロラクトントリオールを多く混入でき、かつ、分散性も良いため、高い分解性を得られるので好ましい。

【0016】また、本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂を複合材料として使用する場合は、熱硬化性ポリエステル樹脂に上述したような添加物、例えば、ガラス繊維、炭素繊維、有機繊維等の補強材や炭酸カルシウム、カオリン、水酸化アルミニウム、タルク、マイカ等のフィラーを混入することができる。モールドモータのモールド材として本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂を使用する

場合は、フィラー、補強材、硬化剤、着色剤、増粘剤、離型剤等を混入して使用することが多く、特にフィラーは混入量が最も多いため、モールド材の特性に大きな影響を与える。フィラーとしては、例えば、炭酸カルシウム、珪酸カルシウム、炭酸マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、カオリン、水酸化アルミニウム、タルク、マイカ、けいそう土、ガラス球、シリカゲル等が挙げられる。補強材としては、主にガラス繊維が使用されるが、それ以外にもポリアクリロニトリル系あるいはレーヨン系もしくはピッチ系の炭素繊維、ビニロン、ポリプロピレン、ポリエステル、アラミド繊維等の有機繊維も使用できる。硬化剤としては、例えば、 t -ブチルパーオクエート、過酸化ベンゾイル、 t -ブチルパーベンゾエート、2, 2-ビス(t -ブチルパーオキシ)ブタン、3, 3, 5-トリメチル(t -ブチルパーオキシ)シクロヘキサノール等が挙げられる。着色剤としては、例えば、カーボンブラック等が挙げられる。増粘剤としては、例えば、酸化マグネシウム、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、多価イソシアナート化合物等が挙げられる。離型剤としては、例えば、ステアリン酸亜鉛等が挙げられる。また、樹脂封止半導体素子の封止材として本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂を使用する場合も、モールド材として使用する場合と同様にフィラー、補強材、硬化剤、着色剤、増粘剤、離型剤等を混入して使用することが多い。それらの混入物の例は上述したモールド材の場合と同じである。

【0017】本発明に供される分解溶液は、少なくとも塩基と親水性溶媒を含んでいる。塩基としては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化バリウム、ナトリウムエトキシド、カリウムブトキシド等が挙げられる。また、親水性溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、アセトン、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、エチレングリコール、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジメチルアミン等が挙げられる。なお、これらの単成分のみならず、複数含まれていてもよい。

【0018】以下に、具体的実施例を挙げて、本発明をより詳細に説明する。

【実施例1】不飽和ポリエステル(日本触媒(株)のエポラック)およびこの不飽和ポリエステル中の不飽和二塩基酸に対してモル比で1.3~4.0倍量の架橋剤スチレンの混合液100重量部に対して、硬化剤(日本油脂(株)のパーブチルZ)を1重量部添加し、120℃で1時間硬化させて、スチレン含有量の異なる数種類の熱硬化性ポリエステル樹脂を得た。得られた樹脂を大きさ10×20×1mmに切削し、水酸化ナトリウム1.1g、エタノール21.0gおよび水6.0gを混合した分解溶液に浸漬して200時間、室温で攪拌した後、樹脂を取り出し、乾燥後の重量を測定し、重量変化および外観変化を観察した。各試料の分解前の引張強度と分

解後の重量変化、外観変化等をまとめて表1に示す。

*【表1】

【0019】

*

スチレン量比	引張強度 (Kgf/mm ²)	重量変化率 (%)	200時間後 の外観
1.3	6.4	-11.0	表面に微小なクラック発生
1.9	6.8	-10.9	表面に微小なクラック発生
2.3	6.7	-10.4	表面に微小なクラック発生
2.5	6.5	-7.5	表面に微小なクラック発生
2.8	6.8	-2.1	変化なし
4.0	5.0	-1.1	変化なし

【0020】表1の結果から明らかなように、スチレン量比によって分解前の引張強度にはほとんど差がみられず、どのようなスチレン量比でも同様に使用できるが、分解溶液に浸漬して分解させると、スチレン量比2.5以下では樹脂表面に微小なクラックが発生して重量減少も大きく、樹脂の加溶媒あるいは加水分解が進んでいることがわかる。このようにスチレン量比を制御することによって、樹脂の機械的強度などは変化させずに、塩基と親水性溶媒を含む分解溶液に対する分解性のみを変化させることができる。また、比較例として、スチレン量比1.3の試料を、水酸化ナトリウム1.1gおよび水27.0gを混合した分解溶液に200時間浸漬した。その場合には、重量変化は0%であり、さらに、エタノールにのみ浸漬した場合も重量変化は0%であった。このことから、スチレン量比が小さい試料でも耐アルカリ性、耐溶媒性は変化せず、従来の熱硬化性ポリエステル樹脂と同様に使用できることがわかる。

【0021】【実施例2】不飽和ポリエステル（日本触媒（株）のエポラック）および不飽和ポリエステル中の不飽和二塩基酸に対してモル比で1.9倍量のスチレンの混合液100重量部に対して、硬化剤（日本油脂（株）のパーブチルZ）を1重量部添加し、さらにフィラーとして炭酸カルシウムを50～300重量部添加して120℃で1時間硬化させて、炭酸カルシウム含有量の異なる数種類のフィラー混入樹脂を得た。得られた樹脂を大きさ10×20×1mmに切削し、水酸化ナトリウム1.1g、エタノール21.0gおよび水6.0gを混合した分解溶液に浸漬して200時間、室温で攪拌した後、樹脂を取り出し、乾燥後の重量を測定し、重量変化および外観変化を観察した。各試料の分解後の重量変化、外観変化等をまとめて表2に示す。

【0022】

【表2】

炭酸カルシウム含量	重量変化率 (%)	200時間後 の外観
50重量部	-6.9	表面に微小なクラック発生
100重量部	-4.8	表面に微小なクラック発生
200重量部	-3.2	表面に微小なクラック発生
300重量部	-2.6	表面に微小なクラック発生

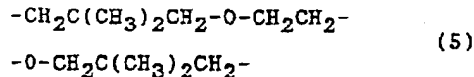
【0023】表2の結果より、炭酸カルシウムを混入した場合でも分解溶液に浸漬すると重量減少がみられ、その減少量は炭酸カルシウム混入量が多いほど小さい。ただし、各試料の熱硬化性ポリエステル樹脂量に対する重量変化は炭酸カルシウム混入量によらず、どの場合も10%程度でほとんど差がみられなかった。この値は炭酸カルシウムを全く含まない樹脂の場合（実施例1）と同程度の値であり、分解性に炭酸カルシウムはほとんど影響しないことがわかる。このことから、複合材料としてフィラーや繊維を混入した場合でも樹脂のみの場合と同様の樹脂部分の分解性が得られるため、容易に崩壊させて処理することができる。また、モールド材や封止材として使用した場合でも、容易に内部の有価物を取り出した後、有害物を取り除いたりすることできる。なお、モールド材や封止材として使用した場合の例は、実施例5以下の例で述べる。

【0024】【実施例3】不飽和ポリエステル（日本触媒（株）のエポラック）に、不飽和ポリエステル中の不飽和二塩基酸に対してモル比で1.3～4.0倍量のスチレンを添加し、さらにおよび式（1）中のM₁が式（5）で示されるポリカプロラクトンジオールを12wt%添加した。この混合液混合液100重量部に対して、硬化剤（日本油脂（株）のパーブチルZ）を1重量部添加して、120℃で1時間硬化させて、スチレン含

有量の異なる数種類の熱硬化性ポリエステル樹脂を得た。得られた樹脂はスチレン量比が2.5以下では透明であったが、スチレン量比2.8では少し白濁し、スチレン量比4.0ではかなり白濁した樹脂であった。引張強度もスチレン量比が2.5以下では、ポリカプロラクトンジオールを混入しない樹脂と同程度であったが、スチレン量比2.8や4.0では少し強度が小さくなった。

【0025】

【化3】



【0026】得られた樹脂を大きさ10×20×1mmに切削し、水酸化ナトリウム1.1g、エタノール21.0gおよび水6.0gを混合した分解溶液に浸漬して200時間、室温で攪拌した後、樹脂を取り出し、乾燥後の重量を測定し、重量変化および外観変化を観察した。各試料の分解後の重量変化、外観変化等をまとめて表3に示す。表3の結果より、スチレン量比2.5以下では重量減少が激しく、分解溶液中で樹脂がぼろぼろに崩壊する現象がみられた。それよりもスチレン量比が大きい場合には重量減少はポリカプロラクトンジオール混入量程度(12%)しかみられず、不飽和ポリエステル樹脂部分の分解はほとんど起きていないことがわかる。また、スチレン量比が1.3や1.9では、実施例1に示した樹脂の重量減少と添加したポリカプロラクトンジ奥ールの量を併せた量よりも大きな重量減少がみられ、ポリカプロラクトンジオール添加によって不飽和ポリエステル樹脂の分解も促進されていることがわかる。

【0027】

【表3】

スチレン量比	重量変化率 (%)	200時間後の外観
1.3	-42.0	分解溶液中で微小片に崩壊
1.9	-41.2	分解溶液中で微小片に崩壊
2.1	-29.5	分解溶液中で微小片に崩壊
2.5	-19.0	分解溶液中で3つの断片に分裂
2.8	-12.3	ほとんど変化なし(少しクラック発生)
4.0	-10.1	ほとんど変化なし

【0028】【実施例4】不飽和ポリエステル(日本触媒(株)のエポラック)に、不飽和ポリエステル中の不飽和二塩基酸に対してモル比で1.9倍量のスチレンを添加し、さらに実施例3と同じポリカプロラクトンジオールを12wt%添加した。この混合液混合液100重量部に対して、硬化剤(日本油脂(株)のパーブチル

2)を1重量部添加し、さらにフィラーとして炭酸カルシウムを50~300重量部添加して120℃で1時間硬化させて、炭酸カルシウム含有量の異なる数種類のフィラー混入樹脂を得た。得られた樹脂を大きさ10×20×1mmに切削し、水酸化ナトリウム1.1g、エタノール21.0gおよび水6.0gを混合した分解溶液に浸漬して200時間、室温で攪拌した後、樹脂を取り出し、乾燥後の重量を測定し、重量変化および外観変化を観察した。各試料の分解後の重量変化、外観変化等をまとめて表4に示す。表4の結果より、実施例2と同様に重量減少量は炭酸カルシウム混入量が多いほど小さいが、各試料の熱硬化性ポリエステル樹脂量に対する重量変化は炭酸カルシウム混入量によらず、どの場合も40%程度でほとんど差がみられなかった。この値は炭酸カルシウムを全く含まない樹脂の場合(実施例3)と同程度の値であり、分解性に炭酸カルシウムはほとんど影響しないことがわかる。

【0029】

【表4】

炭酸カルシウム含量	重量変化率 (%)	200時間後の外観
50重量部	-28.1	表面に微小なクラック発生、数片に分裂
100重量部	-21.3	表面に微小なクラック発生、数片に分裂
200重量部	-12.1	表面に微小なクラック発生
300重量部	-10.0	表面に微小なクラック発生

【0030】【実施例5】実施例1の樹脂に炭酸カルシウム100重量部、ガラス繊維15重量部を混入した樹脂をモールド材として、モールドモータを作成した。その概略断面図を図1に示す。ブラケット1に設けたベアリング2に、回転子3のシャフト4が回転自在に軸支されている。回転子3を間隔を隔てて囲むように配された固定子鉄芯5の珪素鋼板にエナメル被覆銅線からなる固定子巻線6が巻かれている。この固定子鉄芯5、固定子巻線6およびブラケット1に接して前記モールド材をモールドしてモータの外郭7を構成した。8は取付け孔である。このモールドモータを室温で500時間分解溶液に浸漬して、その分解性を調べた。なお、モールドの厚みは薄い部分で約1mm、厚い部分で約5mm程度であり、分解溶液としては実施例1と同様の分解溶液を用いた。各試料の分解後の状態変化をまとめて表5に示す。

【0031】

【表5】

スチレン量比	500時間分解後の状態
1.3	樹脂表面に微小クラック発生及び樹脂の微小片剥離
1.9	樹脂表面に微小クラック発生及び樹脂の微小片剥離
2.3	樹脂表面に微小クラック発生及び樹脂の微小片剥離
2.5	樹脂表面に微小クラック発生
2.8	変化なし
4.0	変化なし

【0032】スチレン量比1.3～2.3の場合、薄い部分のモールドはかなりぼろぼろになっていて、手で簡単に剥がすことができた。また、厚い部分も表面に剥離、クラックが発生し、内部もゴム状に軟化していたため手で剥がすことができる状態であった。スチレン量比2.5の場合は、厚い部分のモールドに分解液の浸透していない部分が数カ所あり、その部分は手で剥がすことができなかった。しかし、分解時間を長くしたり、あるいは超音波を印加する等して分解液の浸透を高めること

によって、残った部分も手で剥がせる状態になった。スチレン量比2.8と4.0の場合は、全く変化しなかった。このようにスチレン量比1.3～2.5に制御したモールド材を用いた本発明のモールドモータは、塩基と親水性溶媒を含む分解溶液により室温で簡単にモールド材を分解できるため、モールドモータ内の有価物を容易に取り出すことができる。

【0033】

【表6】

炭酸カルシウム含量	500時間分解後の状態
50重量部	樹脂表面に微小クラック発生及び樹脂の微小片剥離
100重量部	樹脂表面に微小クラック発生及び樹脂の微小片剥離
200重量部	樹脂表面に微小クラック発生
300重量部	樹脂表面に微小クラック発生

【0035】【実施例7】実施例3の樹脂に炭酸カルシウム100重量部、ガラス繊維15重量部を混入した樹脂をモールド材として実施例5と同様なモールドモータを作成した。このモールドモータを室温で300時間分解溶液に浸漬して、その分解性を調べた。なお、分解溶液としては実施例3と同様の分解溶液を用いた。各試料の分解後の状態変化をまとめて表7に示す。スチレン量比1.3～2.5の場合、薄い部分の大部分のモールドは分解溶液中で自然に剥がれ落ち、厚い部分も表面の数カ所に剥離がみられ、大きなクラックも発生し、内部はゴム状に軟化していたため手で剥がすことができた。スチレン量比2.8と4.0の場合は、表面に少しクラックが発生し、表面の一部のモールドは手で剥がすことができたが、大部分のモールドは剥がすことができなかった。実施例5と比較して、分解時間が300時間と短いにも拘らず、どの試料も実施例5よりも大きな分解性が得られた。これはポリカプロラクトンジオールを混入させたことによる分解液の浸透性向上に起因すると考えられる。

【0036】

【表7】

スチレン量比	800時間分解後の状態
1.3	樹脂表面にクラック多数発生、表面樹脂の剥離数カ所発生
1.9	樹脂表面にクラック多数発生、表面樹脂の剥離数カ所発生
2.1	樹脂表面にクラック多数発生、表面樹脂の剥離数カ所発生
2.5	樹脂表面にクラック発生、表面樹脂（微小片）の剥離数カ所発生
2.8	樹脂表面に少しクラック発生
4.0	樹脂表面に少しクラック発生

【0037】【実施例8】実施例4の樹脂にガラス繊維を8重量部混入した樹脂をモールド材として、実施例5と同様なモールドモータを作成して、室温で300時間分解溶液に浸漬して、その分解性を調べた。なお、分解溶液としては実施例4と同様の分解溶液を用いた。各試料の分解後の状態変化をまとめて表8に示す。どの試料においてもモールドはゴム状になり全体的にぼろぼろになっていて、手で簡単に剥がすことができた。特に炭酸カルシウム50および100重量部添加した試料では、

手で剥がさなくても、分解液中で自然に剥がれる部分が

あり、高い分解性を有していた。実施例6と比較して、分解時間が300時間と短いにも拘らず、ポリカプロラクトンジオールを混入させたため、どの試料も実施例6よりも大きな分解性が得られた。

【0038】

【表8】

炭酸カルシウム含量	800時間分解後の状態
50重量部	樹脂表面にクラック多数発生、表面樹脂の剝離数カ所発生
100重量部	樹脂表面にクラック多数発生、表面樹脂の剝離数カ所発生
200重量部	樹脂表面にクラック多数発生、表面樹脂(微小片)の剝離発生
300重量部	樹脂表面にクラック多数発生、表面樹脂(微小片)の剝離発生

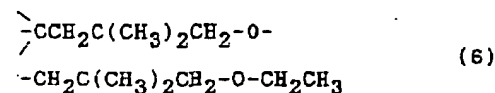
【0039】【実施例9】実施例2の炭酸カルシウムの代わりにシリカを250重量部、さらにガラス繊維を8重量部添加した樹脂を用いて樹脂封止ICを作成した。その概略図を図2に示す。半導体素子10およびワイヤ11、リード線12を上記封止樹脂13で封止した。その樹脂封止ICを室温で200時間分解溶液に浸漬して、その分解性を調べた。なお、モールドの厚みは約1mm程度であり、分解溶液としては実施例2と同様の分解溶液を用いた。200時間浸漬後、封止樹脂表面にクラックが発生し、微小片の剝離がみられた。また封止樹脂はゴム状になり、手で容易に剥がすことができた。そのため、内部の金ワイヤを容易に回収でき、また、有害なGaAs素子を取り除くこともできた。

【0040】【実施例10】実施例9の樹脂封止ICの封止材を、実施例4の炭酸カルシウムの代わりにシリカを250重量部、さらにガラス繊維を8重量部添加した樹脂を用いて樹脂封止ICを作成した。その樹脂封止ICを室温で200時間分解溶液に浸漬して、分解性を調べた。なお、分解溶液としては実施例4と同様の分解溶液を用いた。200時間浸漬後、封止樹脂の数カ所にクラック、剝離がみられ、手で剥がさなくても分解溶液中で自然に封止樹脂は剝離した。そのため、実施例9よりもさらに容易に内部のワイヤや素子を取り出すことができた。

【0041】【実施例11】実施例3のポリカプロラクトンジオールを、式(2)のM₂が式(6)で示されるポリカプロラクトントリオールに変えた他は同様の条件で実験を行った結果、得られた樹脂の状態および分解性は、ポリカプロラクトンジオールを混入した場合とほとんど変わらず、スチレン量比2.5以下では重量減少が激しく、高い分解性(最高重量変化率-38.6%(スチレン量比1.3の場合))を示した。

【0042】

【化4】



【0043】【実施例12】実施例3の樹脂のポリカプロラクトンジオール混入量を6wt%にし、さらに実施例11と同様のポリカプロラクトントリオールを6wt%混入した樹脂を作成した。それらの樹脂はスチレン量比が2.5以下では透明であったが、スチレン量比2.8では少し白濁し、スチレン量比4.0ではかなり白濁した樹脂であった。これらの樹脂を実施例3と同様の条件で分解した結果、得られた樹脂の状態および分解性はポリカプロラクトンジオールを12wt%混入した実施例3およびポリカプロラクトントリオールを12wt%混入した実施例11の場合とほぼ同じ結果となり、スチレン量比2.5以下では重量減少が激しく、高い分解性(最高重量変化率-40.2%(スチレン量比1.3の場合))を示した。

【0044】なお、以上の実施例では、分解溶液として水酸化ナトリウムとエタノールと水を含む混合溶液を用いたが、この混合溶液に限定されるものではなく、少なくとも塩基と親水性溶媒を含んでいる混合溶液であればよい。また、以上の実施例では、不飽和ポリエステルとして、フマル酸とフタル酸とプロピレングリコールからなるものを用いたが、この不飽和ポリエステルに限定されるものではなく、前述したような一般によく用いられる不飽和多塩基酸と飽和多塩基酸とグリコール類からなる不飽和ポリエステルならいずれでもよい。また、モールドモータや樹脂封止半導体素子は、以上の実施例で述べた構成に限定されるものではない。例えば、耐湿性を上げるため等の目的でモールド樹脂あるいは封止樹脂表面にコーティングを施したもの、分解性の異なる樹脂で二重以上にモールドあるいは封止したもの、加溶媒分解性を有しない樹脂を本発明の熱硬化性ポリエステル樹脂に分散させてモールドあるいは封止したもの等の構成のモールドモータや樹脂封止半導体素子でもよい。

【0045】

【発明の効果】以上のように本発明は、熱硬化性ポリエステル樹脂のスチレン量を低レベルに制御することによって、少なくとも塩基と親水性溶媒を含む分解溶液が樹脂内部に浸透しやすく、室温で容易に分解して崩壊する熱硬化性ポリエステル樹脂を提供する。また、上記熱硬化性ポリエステル樹脂にポリカプロラクトンジオールおよびポリカプロラクトントリオールのうち少なくとも1種類を混入することによって、さらに樹脂の分解性を上げることができ、樹脂、モールドモータ、樹脂封止半導体素子廃棄後の処理を容易に行うことができる。さらに、本発明の分解処理方法により、室温で容易に樹脂を分解できるため、省エネルギーにも効果的であり、少な

15

くとも塩基と親水性溶媒を含む分解溶液を使用するため、モールドモータや樹脂封止半導体素子中の有価物、例えば金属などにあまり影響を与えることなく、それらを取り出すことができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の一実施例におけるモールドモータの概略構成を示す縦断面図である。

【図 2】本発明の一実施例における樹脂封止 IC の概略構成を示す一部欠斜視図である。

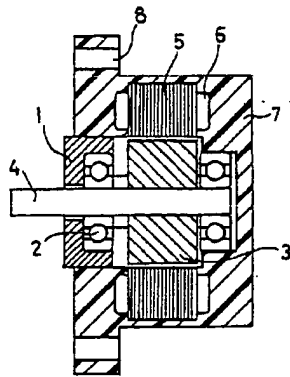
【符号の説明】

1 ブラケット

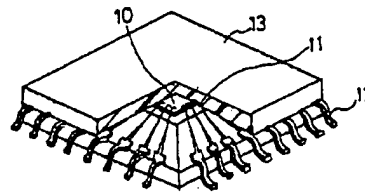
2 ベアリング
3 回転子
4 回転子シャフト
5 固定子鉄芯
6 固定子巻線
7 モールド樹脂
8 取付孔
10 半導体素子
11 ワイヤ
12 リード線
13 封止樹脂

16

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

C 0 8 L 67/06

H 0 1 L 23/29

23/31

H 0 2 K 5/08

15/12

//(C 0 8 L 67/06

67:04)

識別記号

MS J

庁内整理番号

A

E

F I

技術表示箇所